

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

Dialog Search for English Abstract for German Patent:

File 351:Derwent WPI 1963-2001/UD,UM &UP=200145

(c) 2001 Derwent Info Ltd

?e pn=de 1295826

S1 1 PN="DE 1295826"

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

000585519

WPI Acc No: 1968-22483P/196801

Related WPI Acc No: 1968-74668P

Carrying out the polymerisation or polycondensation of diamines and dicarboxylic acids, or omega-aminocarboxylic acids or their lactams, or prepolymerised or pr

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
DE-1295826	A					196801 B

Abstract (Basic): DE 1295826 A

Carrying out the polymerisation or polycondensation of diamines and dicarboxylic acids, or omega-aminocarboxylic acids or their lactams, or prepolymerised or pre-polycondensed polyamides, in the presence of compounds (wherein X is a positively salifiable group; B is saturated alkylene; R is H, lower alkyl or alkoxy, or halogen).

Title Terms: CARRY; POLYMERISE; POLYCONDENSATION; ACID; OMEGA; AMINOCARBOXYLIC; ACID; PREPOLYMERISATION

Derwent Class: A00

File Segment: CPI

51

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

Int. Cl.:

C 08 g, 20/20

C 08 g, 00

D 01 f

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 39 b5, 20/20
39 b5, 41/00
29 b, 3/60

10

11

21

22

44

Auslegeschrift 1 295 826

Aktenzeichen: P 12 95 826.8-44 (G 31999)

Anmeldetag: 6. April 1961

Auslegetag: 22. Mai 1969

Ausstellungspriorität: —

50

Unionspriorität

52

Datum: 7. April 1960

53

Land: Schweiz

51

Aktenzeichen: 3910

54

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von oxydationsbeständigen Polyamiden

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: J. R. Geigy AG, Basel (Schweiz)

Vertreter: Zumstein, Dr. F.; Assmann, Dipl.-Chem. Dr. rer. nat. E.;
Koenigsberger, Dr. R.; Patentanwälte, 8000 München

72

Als Erfinder benannt: Peterli, Dr. Jean Jacques, Münchenstein (Schweiz)

55

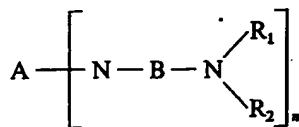
Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:
DT-AS 1 069 380

In Betracht gezogene ältere Patente:
Deutsches Patent 1 161 897

DT 1 295 826

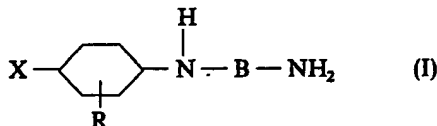
Es ist bereits bekannt, z. B. aus der deutschen Auslegeschrift 1 069 380, Stabilisierungsmittel den Polyamide bildenden Ausgangsstoffen vor oder während der Polykondensation zuzugeben.

Gegenstand des deutschen Patents 1 161 897 ist ein Verfahren zur Stabilisierung von organischen Verbindungen gegen Schädigung durch Luftsauerstoff, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man ihnen geringe Mengen von Verbindungen der allgemeinen Formel



worin A einen n -wertigen, isocyclisch-aromatischen oder heterocyclischen Rest, B einen mindestens drei Kohlenstoffatome enthaltenden, gesättigten aliphatischen Rest, der die beiden N-Atome in α, γ -Stellung zueinander enthält, R_1 Wasserstoff, R_2 Wasserstoff oder eine Acylgruppe, oder worin R_1 und R_2 zusammen auch eine Alkyliden- oder Aralkylidengruppe bedeuten, und n eine niedere positive ganze Zahl bedeutet, gegebenenfalls in Form von Salzen zusetzt.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von oxydationsbeständigen Polyamiden durch Umsetzen von Diaminen und Dicarbonsäuren oder von ω -Aminocarbonsäuren bzw. deren Lactamen oder deren Vorprodukten, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man die Umsetzung in Gegenwart von Verbindungen der allgemeinen Formel I



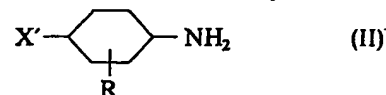
oder deren Acylverbindungen oder Salzen mit Carbonsäuren, durchführt. In dieser Formel bedeutet X einen Hydroxylrest oder einen primären, sekundären oder tertiären Aminorest, B einen mindestens drei Kohlenstoffatome aufweisenden Alkylenrest, in welchem die beiden N-Atome zueinander in α, γ -Stellung stehen, vorzugsweise den Trimethylenrest, R ein Wasserstoffatom, einen niedermolekularen Alkyl- oder Alkoxyrest oder ein Halogenatom. X bedeutet insbesondere einen Cyclohexylaminorest, einen Phenylaminorest, einen weiteren $-\text{NH}-\text{B}-\text{NH}_2$ -Rest oder einen Dimethylaminorest.

Als sekundäre Aminoreste kommen ferner noch folgende Reste in Betracht: Alkylaminoreste, wie Methyl-, Äthyl-, Propyl-, Butyl-, Octyl-, Decyl- und Dodecylaminoreste, substituierte Alkylaminoreste, wie z. B. β -Aminoäthyl-, γ -Aminopropyl-, Cyanomethyl-, β -Cyanoäthyl-, γ -Cyanopropyl-, Carboxymethyl- und β -Carboxyäthylaminoreste, substituierte Phenylaminoreste, wie beispielsweise Methylphenyl-, Äthylphenyl-, tert.-Butylphenyl-, Methoxyphenyl-, Äthoxyphenyl-, Aminophenyl-, Methylaminophenyl-, tert.-Butylaminophenyl-, Chlorphenylaminoreste.

R bedeutet vorzugsweise ein Wasserstoffatom; es kann aber auch beispielsweise einen Methyl-, Äthyl-, Propyl- oder einen normalen, sekundären oder tertiären Butylrest, ferner einen Methoxy- oder Äthoxyrest oder auch ein Chlor- oder Bromatom bedeuten.

Als Salze der Amine der Formel I, die ebenfalls erfindungsgemäß verwendbar sind, kommen vorzugsweise solche mit einbasischen Säuren, insbesondere Essigsäure, oder zweibasischen, vor allem Adipin- und Sebaccinsäure in Betracht.

Die Verbindungen der allgemeinen Formel I erhält man beispielsweise aus primären Aminen der Benzolreihe der allgemeinen Formel II



worin R das unter Formel I Gesagte und X' einen primären oder sekundären Aminorest, einen acylierten primären oder acylierten sekundären Aminorest, einen tertiären Amino- oder einen Hydroxylrest bedeutet, durch Anlagerung eines aliphatischen α, β -ungesättigten Nitrils, vorzugsweise des Acrylnitrils, Reduktion der dabei erhaltenen N-Cyanalkylverbindungen und Verseifung der allfällig vorhandenen Acylaminogruppen zu den Aminogruppen. Man kann die Verbindungen der allgemeinen Formel I auch durch Kondensation von primären Aminen der Benzolreihe der allgemeinen Formel II mit α -Halogen- γ -aminoalkanen, vorzugsweise dem 1-Brom-3-aminopropan, und Verseifung der allfällig vorhandenen Acylaminoreste zu den Aminoresten darstellen.

Erfindungsgemäß verwendbare Acylverbindungen von Aminen der allgemeinen Formel I erhält man daraus durch Acylierung nach den üblichen Acylierungsmethoden z. B. mit Acetanhydrid.

Vorzugsweise sind die Verbindungen der Formel I jedoch nicht acyliert.

Die Verbindungen der allgemeinen Formel I werden den Diaminen und Dicarbonsäuren bzw. den ω -Aminocarbonsäuren bzw. deren Lactamen in irgendeinem Stadium der Polykondensation oder Polymerisation, zweckmäßig gleich zu Beginn, vorteilhaft in Mengen von 0,001 bis 5% (bezogen auf das Gesamtgewicht der zu polykondensierenden bzw. polymerisierenden Substanzen) zugegeben. Es ist auch möglich, die Verbindungen der allgemeinen Formel I in die oxydationsempfindlichen vorpolymerisierten bzw. vorpolykondensierten Polyamide einzubauen. Diese werden mit den Stabilisatoren innig gemischt und bei hohen Temperaturen, vorzugsweise 250 bis 300°C, geschmolzen, wobei die Auskondensation bzw. Auspolymerisation der Polyamide erfolgt. Unter den bei der Polyamidsynthese üblichen Polykondensations- bzw. Polymerisationsbedingungen werden die Verbindungen der Formel I in das Polymolekül weitgehend einkondensiert, d. h., sie werden an ihren gegebenenfalls acylierten primären Aminogruppen (unter Abspaltung einer allfällig vorhandenen N-Acylgruppe) mit Carbonsäuregruppen des Polymoleküls säureamidartig verknüpft. Sie werden also Bestandteile des Polymerisats.

Die Zugabe erfindungsgemäß zu verwendender Verbindungen der Formel I kann, besonders bei hohen Dosen, den Polymerisationsgrad beeinflussen. Da üblicherweise der Polymerisationsgrad durch Zugabe von sogenannten Regulatoren, wie Essigsäure oder Sebaccinsäure, beeinflusst wird, ist die Menge der Verbindungen der Formel I und diejenige der Regulatoren aufeinander abzustimmen.

Die erfindungsgemäß hergestellten Polyamide sind

den auf übliche Weise hergestellten Polyamiden sehr ähnlich, unterscheiden sich aber von den auf übliche Weise hergestellten Polyamiden durch ihre wesentlich höhere Oxydationsbeständigkeit. Somit lassen sie sich nach den üblichen Methoden zu Filmen und Fäden verarbeiten, die selbst nach häufigem Waschen mit Wasser bemerkenswert beständig sind.

Die nachfolgenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung. Sofern nichts anderes ausdrücklich vermerkt ist, sind Teile Gewichtsteile. Gewichtsteile verhalten sich zu Volumteilen wie Gramm zu Kubikzentimeter. Die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben.

Beispiel 1

400 Teile Caprolactam, 40 Teile Wasser, 0,4 Teile der in Tabelle 1 bis 3 angegebenen Stabilisierungsmittel werden gemischt und bis zur Verflüssigung der Masse, die bei etwa 70° eintritt, erwärmt.

Die flüssige Mischung wird in ein Druckgefäß aus nichtrostendem Material eingefüllt und unter Ausschluß von Sauerstoff innerhalb einer Stunde auf eine Temperatur von etwa 250° aufgeheizt, wobei ein Druck von etwa 10 bis 15 Atü auftritt.

Nach dieser Zeit wird das Wasser abdestilliert und anschließend das Polymerisat zur völligen Entgasung 3 Stunden drucklos bei 250° gehalten.

Nach dieser Zeit hat die Masse eine Viskosität erreicht, welche gestattet das Polymerisat zum Nachweis des technischen Fortschritts mittels Stickstoff durch eine am Boden des Druckgefäßes angebrachte Düse auszupressen.

Verwendet wird eine Spinddüse von 1 mm lichter

Weite und 10 mm Länge. Das Polymere wird mittels Stickstoff von 15 bis 20 atü Druck durch die Düse gepreßt und der aus dem Schmelzfluß erstarrende Faden mit einer Geschwindigkeit von 150 m/Min. abgezogen. Zwischen Düse und Abzugsvorrichtung ist zur vollständigen Kühlung des Fadens ein Kühlbad (Wasser von Zimmertemperatur) eingeschaltet, durch welchen der Faden mit Hilfe einer Umlenkrolle durchgeleitet wird. Der auf einer Lochspule kreuzweise aufgewickelte Faden wird durch Extraktion mit Wasser von etwa 70° vom Monomeren befreit und anschließend zwischen zwei im Geschwindigkeitsverhältnis von 4 : 1 laufenden Förderwalzen gereckt.

Die dabei erhaltenen Fäden besitzen die in den Tabellen 1 bis 3 festgehaltenen mechanischen Eigenschaften wie Reißfestigkeit und Dehnung sowie die relative Viskosität.

Die relative Viskosität wird jeweils in konzentrierter Schwefelsäure (96%) bei einer Konzentration von 1,00 g/100 ml bei 20° gemessen.

Die Reißfestigkeit und die Dehnung der ungetemperten Proben werden mit je 30 Messungen am Anfang und am Ende der Fäden bestimmt. Der Rest wird bei 165° im Umlufttrockenschrank gelagert und nach den in den Tabellen 1 und 2 angegebenen Zeiten an 30 Messungen das Mittel der Änderung der Kennwerte bestimmt.

Aus nachfolgender Tabelle 1 ist ersichtlich, daß erfindungsgemäß stabilisiertes Polycaprolactam (Nr. 6 bis 8) eine wesentlich längere Lebensdauer besitzt als mit üblichen Stabilisierungsmitteln stabilisiertes Polycaprolactam (Nr. 2 bis 5).

Tabelle 1

Abhängigkeit der Reißfestigkeit in g/Denier (gemessen mit der Zugfestigkeitsprüfmaschine »Schopper«) von der Dauer der Temperung bei einer Temperatur von 165° im Umlufttrockenschrank (lose gewickelte Packung)

Nr.	Polyamid, stabilisiert durch Zusatz von 0,1% der folgenden Stabilisierungsmittel	Stunden bei 165°				
		0	12	18	24	30
1*)	Ohne Zusatz	4,60 (100%)	2,2 (48%)	—	nicht meßbar	—
2*)	2,6-Di-tert.butyl-p-kresol	4,60 (100%)	1,90 (42%)	—	nicht meßbar	—
3*)	N,N'-Di-cyclohexyl-p-phenylen-diamin	4,60 (100%)	2,60 (57%)	—	nicht meßbar	—
4*)	N,N'-Di-sec.butyl-p-phenylen-diamin	4,20 (100%)	2,60 (61%)	—	nicht meßbar	—
5*)	N-Cyclohexyl-p-aminophenol ...	4,30 (100%)	2,20 (51%)	—	nicht meßbar	—
6	N-p-Hydroxyphenyltrimethylen-diamin, F. 130°	4,24 (100%)	4,10 (96%)	3,60 (86%)	2,80 (65%)	2,32 (55%)
7	N-(3-Aminopropyl)-N'-phenyl-p-phenyldiamin, F. 88°	4,43 (100%)	3,73 (84%)	3,70 (84%)	3,50 (78%)	3,00 (67%)
8	N,N'-Bis-(3-aminopropyl)-p-phenyldiamin, Kp. 0,04 245°, F. 92°	3,80 (100%)	3,90 (104%)	3,70 (97%)	3,50 (93%)	3,11 (82%)

*) Vergleichsversuche.

Die Stabilisierungsmittel Nr. 6 bis 8 werden durch übliche Reduktion (s. Whitmore et al, Am. Soc., 66, 725 [1944]) der entsprechenden Cyanäthylverbindungen (S. A. Heiniger, J. Org. Chem., 22, 1213 [1957], Bates et al, J. Chem. Soc., 388 [1956], und Braunholtz et al, J. Chem. Soc., 1818 [1953]) hergestellt.

Das zur Herstellung des Stabilisierungsmittels Nr. 7 verwendete N-(β -Cyanäthyl)-N'-phenyl-p-phenylen-diamin (F. 135°) wird ebenfalls nach S. A. Hei-

niger, J. Org. Chem., 22, 1213 (1957), Bates et al, J. Chem. Soc., 388 (1956), und Braunholtz et al, J. Chem. Soc., 1818 (1953) hergestellt.

Das ebenfalls als Stabilisierungsmittel verwendete Adipinsäure- bzw. Sebacinsäure-Salz von N-p-Hydroxyphenyl-trimethylen-diamin schmilzt bei 160 bzw. 173°.

Das Adipinsäuresalz von N,N'-Bis-(3-aminopropyl)-p-phenyldiamin schmilzt bei 190°.

Tabelle 2

Abhängigkeit der Dehnung von der Dauer der Temperung bei einer Temperatur von 165° im Umlufttrockenschrank

Nr.	Polyamid, stabilisiert durch Zusatz von 0,1% der folgenden Stabilisierungsmittel	Stunden bei 165°				
		0	12	18	24	30
1*)	Ohne Zusatz	28 (100%)	9,8 (35%)	—	nicht meßbar	—
2*)	2,6-Di-tert.butyl-p-kresol	27 (100%)	8,0 (29%)	—	nicht meßbar	—
3*)	N,N'-Di-cyclohexyl-p-phenylen-diamin	27 (100%)	12 (46%)	—	nicht meßbar	—
4*)	N,N'-Di-sec.butyl-p-phenylen-diamin	21 (100%)	10 (47%)	—	nicht meßbar	—
5*)	N-Cyclohexyl-p-aminophenol ...	39 (100%)	6,9 (18%)	—	nicht meßbar	—
6	N-p-Hydroxyphenyltrimethylen-diamin	20 (100%)	25 (122%)	21 (104%)	12 (59%)	10 (50%)
7	N-(3-Aminopropyl)-N'-phenyl-p-phenyldiamin	38 (100%)	30 (78%)	25 (67%)	23 (60%)	17 (46%)
8	N,N'-Bis-(3-aminopropyl)-p-phenyldiamin	22 (100%)	22 (100%)	25 (113%)	21 (91%)	18 (83%)

*) Vergleichsversuche.

Tabelle 3

Abhängigkeit der relativen Viskosität (gemessen im »Ostwald-Viscosimeter«) von der Dauer der Temperung bei einer Temperatur von 165° im Umlufttrockenschrank

Nr.	Polyamid, stabilisiert durch Zusatz von 0,1% der folgenden Stabilisierungsmittel	Stunden bei 165°				
		0	12	18	24	30
1*)	Ohne Zusatz	2,52	1,52	alle kleiner als 1,45		
2*)	2,6-Di-tert.butyl-p-kresol	2,47	1,49			
3*)	N,N'-Di-cyclohexyl-p-phenylen-diamin	2,48	1,53			
4*)	N,N'-Di-sec.butyl-p-phenylen-diamin	2,40	1,48			
5*)	N-Cyclohexyl-p-aminophenol ...	2,57	1,58			
6	N-p-Hydroxyphenyltrimethylen-diamin	2,56	2,16	2,00	1,86	1,75
7	N-(3-Aminopropyl)-N'-phenyl-p-phenyldiamin	2,34	2,02	1,89	1,80	1,70
8	N,N'-Bis-(3-aminopropyl)-p-phenyldiamin	2,45	2,20	2,11	2,03	1,96

*) Vergleichsversuche.

Beispiel 2

300 Teile Hexamethyldiammonium-adipat werden in 300 Teilen destilliertem Wasser bei 80° gelöst. Der Lösung werden 1,8 Teile Sebacinsäure sowie 0,3 Teile der in den Tabellen 4 bis 6 beschriebenen Stabilisierungsmittel zugegeben.

Das flüssige Gemisch wird unter Ausschluß von Sauerstoff in den auf etwa 150° vorgeheizten Autoklav eingeführt. Die Temperatur im Autoklav wird innerhalb einer Stunde auf 280° gebracht. Während dieser Aufheizperiode wird der Dampfdruck im Autoklav durch Abblasen von Wasserdampf unter 30 atü gehalten. Beim Erreichen des Temperaturmaximums von 280 bis 290° wird der Druck im Autoklav durch Abblasen der flüchtigen Bestandteile innerhalb von 10 bis 20 Minuten auf Atmosphärendruck gebracht.

Die Masse wird noch während etwa 4 Stunden unter striktem Ausschluß von Sauerstoff bei 280° gehalten. Nach dieser Zeit ist die Polykondensation so weit fortgeschritten, daß das Polymerisat mittels Stickstoff durch eine Düse, die am Boden des Autoklavs angebracht ist, als dickflüssige Schmelze ausgepreßt werden kann.

Diese Schmelze wird, wie im Beispiel 1 beschrieben, zu verreckten Fäden verarbeitet. Die Messungen der Reißfestigkeiten, Dehnung und relativen Viskosität werden wie im Beispiel 1 beschrieben ausgeführt.

Aus nachfolgender Tabelle 4 ist ersichtlich, daß erfindungsgemäß stabilisiertes Poly-hexamethyldiamin-adipat (Nr. 2 und 3) eine wesentlich längere Lebensdauer besitzt, als unstabilisiertes Poly-hexamethyldiamin-adipat.

Tabelle 4

Abhängigkeit der Reißfestigkeit (in g/Denier) von der Dauer der Temperung bei einer Temperatur von 165° im Umlufttrockenschrank

Nr.	Polyamid, stabilisiert durch Zusatz von 0,1% der folgenden Stabilisierungsmittel	Stunden bei 165°				
		0	6	12	18	24
1	Ohne Zusatz	3,86 (100%)	2,65 (69%)	2,71 (70%)	nicht meßbar	
2	N-p-Hydroxyphenyltrimethylen- diamin	4,30 (100%)	4,04 (95%)	4,06 (94%)	3,81 (90%)	3,34 (78%)
3	N,N'-Bis-(3-aminopropyl)- p-phenylendiamin	3,96 (100%)	4,24 (107%)	4,43 (112%)	4,21 (106%)	4,17 (105%)

Tabelle 5

Abhängigkeit der Dehnung (in Prozenten) von der Dauer der Temperung bei einer Temperatur von 165° im Umlufttrockenschrank

Nr.	Polyamid, stabilisiert durch Zusatz von 0,1% der folgenden Stabilisierungsmittel	Stunden bei 165°				
		0	6	12	18	24
1	Ohne Zusatz	22,75 (100%)	10,00 (44%)	4,75 (21%)	nicht meßbar	
2	N-p-Hydroxyphenyltrimethylen- diamin	21,15 (100%)	26,50 (127%)	25,20 (120%)	11,25 (55%)	8,6 (41%)
3	N,N'-Bis-(3-aminopropyl)- p-phenylendiamin	26,85 (100%)	26,35 (98%)	22,90 (86%)	12,50 (47%)	10,40 (39%)

Tabelle 6

Abhängigkeit der relativen Viskosität von der Dauer der Temperung bei einer Temperatur von 165° im Umlufttrockenschrank

Nr.	Polyamid, stabilisiert durch Zusatz von 0,1% der folgenden Stabilisierungsmittel	Stunden bei 165°				
		0	6	12	18	24
1	Ohne Zusatz	2,29	1,76	1,67	1,49	—
2	N-p-Hydroxyphenyltrimethylen- diamin	2,64	2,26	1,97	1,85	1,68
3	N,N'-Bis-(3-aminopropyl)- p-phenylendiamin	2,41	2,00	1,93	1,91	1,79

Beispiel 3

Käufliche getrocknete Polyamidschnitzel mit weniger als 0,1% Wassergehalt werden in einer Mischtrommel mit 0,1% der im Beispiel 2 beschriebenen Stabilisierungsmittel innig vermischt. Diese Mischung wird unter Ausschluß von Sauerstoff bei einer Temperatur von 285° geschmolzen und die Schmelze innerhalb einer Stunde durch Auspressen aus einer Düse zu Fäden versponnen. Die Fäden werden anschließend auf der Streckmaschine im Verhältnis 3,8 : 1 gereckt und den im Beispiel 2 beschriebenen Prüfungsmethoden unterworfen.

Die Resultate entsprechen in jeder Weise den im Beispiel 2 beschriebenen.

Beispiel 4

Die folgende Tabelle 7 zeigt die Anzahl Stunden, welche einen Abbau der Reißfestigkeit auf 80% bewirken bei einer Lagerung von stabilisiertem Polyamid bei 165° im Umlufttrockenschrank. Die Polymeren wurden wie im Beispiel 1 beschrieben hergestellt. Die Reißfestigkeit wurde durch Mitteln von 30 Messungen bestimmt und die Zeiten durch lineare Interpolation der gemessenen Werte festgestellt.

Tabelle 7

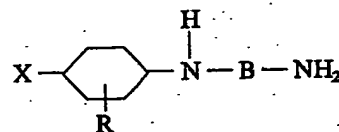
Nr	Polyamid, stabilisiert durch 0,1% der folgenden Stabilisierungsmittel	Stunden bei 165°
1*)	Ohne Zusatz	3
2*)	2,6-Di-tert.butyl-p-kresol	3
3*)	N,N'-Di-cyclohexyl-p-phenylen-diamin	5
4*)	N,N'-Di-sec.butyl-p-phenylen-diamin	6
5*)	N-Cyclohexyl-p-aminophenol ...	5
6	N-p-Hydroxyphenyl-trimethylen-diamin	20
7	N-(3-aminopropyl)-p-phenylen-diamin	10
8	N'-Cyclohexyl-N-(3-aminopropyl)-p-phenyldiamin	21
9	N'-Phenyl-N-(3-aminopropyl)-p-phenyldiamin	21

*) Vergleichsversuche.

Nr.	Polyamid, stabilisiert durch 0,1% der folgenden Stabilisierungsmittel	Stunden bei 165°
10	N',N'-Dimethyl-N-(3-amino-propyl)-p-phenyldiamin	10
11	N',N-Bis-(3-aminopropyl)-p-phenyldiamin	30
12	Adipinsäuresalz von N-p-Hydroxyphenyl-trimethyldiamin (1 : 2)	20
13	Sebacinsäuresalz von N-p-Hydroxyphenyl-trimethyldiamin (1 : 2)	15
14	N'-(2-Aminoäthyl)-N-(3-amino-propyl)-p-phenyldiamin	20
15	N'-Octyl-N-(3-aminopropyl)-p-phenyldiamin	10
16	N'-Phenyl-N-(3-amino-2-methyl-propyl)-p-phenyldiamin	15
17	N-(3-Acetylaminopropyl)-p-aminophenol	10
18	N'-(2-Cyanäthyl)-N-(3-amino-propyl)-p-phenyldiamin	21

Patentanspruch:

1. Verfahren zur Herstellung von oxydationsbeständigen Polyamiden durch Umsetzen von Diaminen und Dicarbonsäuren oder von ω -Aminocarbonsäuren bzw. deren Lactamen oder von deren Vorprodukten, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umsetzung in Gegenwart von Verbindungen der allgemeinen Formel



in der X einen Hydroxylrest oder einen primären, sekundären oder tertiären Aminorest, B einen mindestens drei Kohlenstoffatome aufweisenden gesättigten Alkylrest, in welchem die beiden N-Atome zueinander in α, γ -Stellung stehen, und R ein Wasserstoffatom, einen niedermolekularen Alkyl- oder Alkoxyrest oder ein Halogenatom bedeutet, oder deren Acylverbindungen oder Salzen mit Carbonsäuren, durchgeführt.